

# 材料界面结合强度评价方法研究进展

宋晓毓, 刘新利, 吴壮志, 段柏华, 王德志

(中南大学材料科学与工程学院, 湖南 长沙 410083)

**摘要:** 基于静态法和动态法分类总结了材料界面结合强度的常用评价方法, 静态法主要包括剥离法、剪切法、拉伸法、弯曲法、纳米划痕法、激光划痕法、激光层裂法和无损评价法等; 动态法主要包括单摆冲击划痕法、多冲接触疲劳法和滚动接触疲劳法等。此外, 材料界面结合强度评价还可借助有限元辅助分析, 该方法可模拟分析静态法、动态法等方法的测量过程。各种方法的优缺点及适用条件不同, 因此应根据界面处两种材料的热学和力学性能等差异, 选取合适的测量方法, 再结合力学分析模型, 选择合适的求解方法, 得到材料的界面结合强度。随着新材料和新型表征技术的涌现, 研究者们需要不断改进现有的测试方法, 使材料界面结合强度评价方法更加简单易行、定量准确。

**关键词:** 界面; 结合强度; 评价方法; 静态法; 动态法

**中图分类号:** TB33; TB302 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-3962(2020)09-0681-10

## Review on Evaluation Methods of Material Interface Bonding Strength

SONG Xiaoyu, LIU Xinli, WU Zhuangzhi, DUAN Bohua, WANG Dezhi

(School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

**Abstract:** Based on the classification of the static method and the dynamic method, the common evaluation methods of material interface bonding strength are summarized. The static methods mainly include peel method, shear method, stretch method, bend method, nano scratch method, laser scratch method, laser spallation method and non-destructive evaluation method. The dynamic methods mainly include single pendulum impact scratch method, repeated impact contact method and rolling contact fatigue method. In addition, there is a finite element analysis method, which can simulate the process of the static method and the dynamic method. Each evaluation method has its advantage, disadvantage and applicable condition. According to the difference of thermal and mechanical properties of the two materials in interface, the appropriate measurement method should be selected, and then the appropriate measurement method should be combined with the mechanical analysis model to select the appropriate solution method to obtain the interface bonding strength of the material. In addition, with the emergence of new materials and new characterization techniques, it is necessary to continuously improve the existing testing methods, so that the evaluation methods for the material interface bonding strength are simple and accurate.

**Key words:** interface; bonding strength; valuation method; static method; dynamic method

## 1 前言

金属层状复合材料是通过一定的手段将两层或两层以上不同性能的金属复合而成, 使其具有了比单一材料更好的物理性能和化学性能, 进而更广泛地应用于生物

医学、航空航天等领域<sup>[1]</sup>。根据复层厚度, 可以将层状复合材料分为薄膜复合材料、涂层复合材料以及普通层状复合材料, 上述不同材料的物理化学性能不同, 但其使用性能与服役寿命均受到界面结合强度的影响, 因而准确有效地表征材料界面结合强度十分有必要。

界面结合强度是复层-基体系统抵抗界面被分离的能力, 通常用单位面积的复层从基体上剥离下来所需的力或能量来表征。基于应力(单位面积上的力)的观点: 涂层从基体上剥离时单位面积所需要的力的大小, 即为涂层与基体的界面结合强度, 包括界面拉伸强度与界面剪切强度, 单位均为 MPa; 基于能量学的观点: 涂层从基体剥离时单位面积所需能量的大小, 即为界面处材料为抵抗裂纹扩展所吸收能量的大小, 包括界面韧性和界面

收稿日期: 2019-05-07 修回日期: 2019-08-01

基金项目: 国家重点研发计划资助项目(2018YFC1901700)

第一作者: 宋晓毓, 女, 1995 年生, 硕士研究生

通讯作者: 刘新利, 女, 1985 年生, 副教授, 硕士生导师,

Email: liuxinli@csu.edu.cn

王德志, 男, 1968 年生, 教授, 博士生导师,

Email: dzwang@csu.edu.cn

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.201905002

断裂韧性, 单位均为  $\text{J}/\text{m}^2$  [2]。

评价界面结合强度的方法有很多。Chalker 等 [3] 在 1991 年就对涂层复合材料的界面评价方法进行了综述, 但其描述的界面评价方法主要是静态机械法, 如胶带法、压痕法和划痕法等。Mehrotra 等 [4] 着重介绍了测量硬涂层的附着力和显微硬度的方法。很多学者针对某一种材料的界面结合强度进行了评价 [5-7]。此外, 还有学者对目前已有的界面结合强度评价方法进行了总结分类。孙畅等 [8] 对层状复合材料界面结合强度的非传统评价方法进行了综述。李龙等 [9] 对薄复层层状复合材料界面结合的定量评价方法进行了总结分析, 并在文中将通过施加动态载荷来测定界面结合强度的方法统称为动态评价方法。

以上学者大都针对某一种材料或某一类方法进行了综述。目前为止, 仍未有对动态评价方法进行总结综述的文献报导。

本文较为全面地综述了金属层状复合材料的界面结合强度评价方法, 并将界面结合强度评价方法分为两大类: 静态评价方法和动态评价方法。静态评价方法主要是通过对试样进行一次性加载的方式来测定试样的界面结合力, 主要包括剥离法、剪切法、拉伸法、弯曲法、纳米划痕法、激光划痕法、激光层裂法和无损评价法等。动态评价方法是通过对试样反复施加一定载荷, 使试样产生疲劳磨损导致复层脱落, 从而判定试样动态结合强度的方法。由于动态评价方法实验条件与工具服役状况更为接近, 因而相比于静态评价方法, 动态评价方法可以更加准确地估计材料的使用寿命。目前主要的动态评价方法有单摆冲击划痕法、多冲接触疲劳法和滚动接触疲劳法。

不同的表征手段具有各自的优缺点, 应该根据试样界面两种材料力学、热学等方面的差异, 选取合适的测量方法, 再结合力学分析模型, 根据相应试验方法的特点和结果, 选择合适的求解方法以得到材料的界面结合强度。

## 2 结合强度静态评价方法

### 2.1 剥离法

剥离法是一种定量评价方法, 通过在材料界面上施加一个垂直作用力, 使材料受到法向拉应力而断裂。材料剥离强度可由式 (1) [9] 计算:

$$p = \frac{F}{L} \quad (1)$$

式中  $p$  为剥离强度, 单位为  $\text{N}/\text{mm}$ ;  $F$  为剥离最大负荷, 单位为  $\text{N}$ ;  $L$  为试样宽度, 单位为  $\text{mm}$ 。

剥离法具有直观、简便的优点, 但是通常会受到多种因素的影响, 包括剥离速度、剥离面积和复层厚度等。

有学者对标准剥离试验进行了改进, 提出了 T 型剥离试验 [10] 以及复合剥离试验 [11]。

Chen 等 [12] 采用 T 型剥离试验研究了采用不同退火处理和冷轧工艺后不锈钢/铝包覆板的界面结合强度。研究发现, 合适的退火处理以及冷轧加工工艺可以大大提高材料界面结合质量。Madaah-Hosseini 等 [10] 开发了一种通过 5754 铝带的剥离测试结果来计算焊接效率的方法。Koyama 等 [13] 采用剥离法研究了金属盐生成技术对直接粘合 SUS304 不锈钢的界面结合强度的影响, 发现其剥离强度与被粘合的金属表面积有关。王敏等 [14] 通过测量铜/铝锌合金复合带的剥离强度发现, 剥离面积和复层厚度对剥离强度有很大的影响, 主要原因是剥离力由界面结合力和复层变形力组成, 复层越厚, 剥离面积越大, 复层变形力越大, 其测定的剥离强度越大, 结果越不准确。除此之外, 剥离法对于复层厚度太薄以及复层强度低于界面结合强度的材料也不适用, 这主要是因为剥离过程中更易在复层材料处断裂, 而不是在界面处分离, 因而导致测试结果不准确。

### 2.2 剪切法

剪切法是通过测量材料的剪切强度来定量地评价复层与基体之间的界面结合强度 [15]。剪切试验具有操作简单、结果准确等优点, 因此应用广泛。剪切强度是指在切应力作用下, 试样在单位面积上所能承受的最大断裂载荷。根据受力方式不同, 剪切强度可分为压缩剪切强度和拉伸剪切强度, 均可由式 (2) [9] 计算:

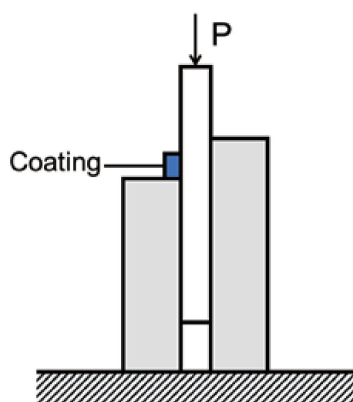
$$\tau = \frac{F}{A} \quad (2)$$

式中  $\tau$  为剪切强度, 单位为  $\text{MPa}$ ;  $F$  为复层被切断的临界载荷, 单位为  $\text{N}$ ;  $A$  为试样的剪切面面积, 单位为  $\text{mm}^2$ 。

#### 2.2.1 压缩剪切法

通过在平行于结合面的方向上对试样平稳地施加一个压应力, 使得复层与基体相分离, 记录试样被剪断之前的最大压应力, 即可计算出试样的压缩剪切强度。GB/T6396-2008 中规定的压缩剪切试验方法如图 1 所示 [16]。

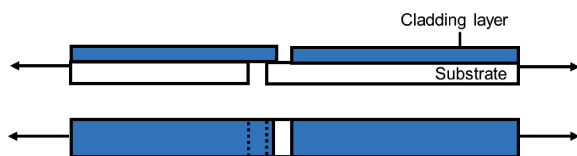
这种试验方法是基于复层与基层界面上剪应力分布均匀这一假设, 且认为复层断裂是纯剪切应力造成的。但在实际进行试验时, 界面处同时存在剪切应力和法向应力, 这使得该试验方法测量结果存在误差。基于此, Li 等 [17] 采用剪切法测量了多层 SiC 晶片通过 Ag 纳米糊剂附着在直接敷铜 (DBC) 基板上的结合强度, 实验表明, Ag 浆料的不均匀和施加在模具上的压力大小都会影响测量结果。Era 等 [18] 对压缩剪切方法进行了改进, 在试件靠近复层自由边界处预制了一个半圆形的凹槽, 以减少应力集中, 并通过该改进方法测量了只有 0.3 mm 厚的陶瓷涂层的界面强度, 得到了较准确的结果。井玉安等 [19]

图1 压缩剪切法示意图<sup>[16]</sup>Fig. 1 Schematic diagram of compression shear test<sup>[16]</sup>

设计了薄规格双金属复合板抗剪强度的测试方法及装置, 相比于传统压缩剪切法, 该方法简化了实验操作, 提高了测量精度。除此之外, 在实际测量过程中, 由于受到试样尺寸、复层厚度和摩擦变形等因素的影响, 导致压缩剪切试验测量结果也存在一定的误差。

### 2.2.2 拉伸剪切法

当复合板材厚度小于 10 mm 时, 采用压缩剪切法会导致板材弯曲变形, 影响测量精度, 甚至难以测得界面剪切强度值。因此, 当被测试样厚度小于 10 mm 时, 可以采用拉伸剪切的方法测量其剪切强度, 即以一定的拉伸速度对试样施加载荷, 直至试样被剪断。GB/T6396-2008 中规定的具体拉伸剪切法如图 2 所示<sup>[16]</sup>。

图2 拉伸剪切法示意图<sup>[16]</sup>Fig. 2 Schematic diagram of tensile shear test<sup>[16]</sup>

陈天赐<sup>[20]</sup>通过升高 A356/2024 基板的预热温度提高了复合板的结合强度, 并使其剪切强度最大值达到了 57.93 MPa。姜国圣等<sup>[21]</sup>将采用不同表面处理方法的铝板和铜板复合后, 通过拉伸剪切法测得经过喷砂处理的材料复合后界面剪切强度最高, 可达到 78.9 MPa。但是拉伸剪切法只适合于复层相对较厚的情况, 当复层厚度低于 1 mm 时, 则很容易在复层最薄弱的位置发生弯曲和断裂, 影响测试精度, 甚至检测失败。

## 2.3 拉伸法

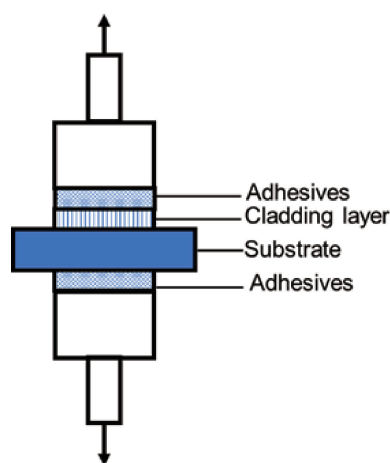
拉伸法也是目前被广泛用来评价界面结合强度的一种定量评价方法<sup>[22]</sup>。拉伸法一般有两种: 平行拉伸法和垂直拉伸法。

### 2.3.1 平行拉伸法

平行拉伸法又称为基片拉伸法, 是一种通过对试样施加一个平行于界面的力, 使得复层断裂而得到界面结合强度的方法。由于平行拉伸法是建立在弹性理论的基础上, 因此该方法仅适用于复层弹性模量大于基体弹性模量的复合材料, 但如果复层本身的强度和变形能力均大于基体, 且能够与基体协调变形, 则剪切应力无法产生, 复层与基体之间的结合强度也无法通过该方法测定<sup>[23]</sup>。

### 2.3.2 垂直拉伸法

垂直拉伸法又叫做粘结拉伸法, 是将复层试样用粘结剂粘结到便于施加载荷的物体上, 然后在该物体的另一端施加拉伸载荷, 直至复层拉脱的一种方法, 其示意图见图 3<sup>[9]</sup>。

图3 垂直拉伸法示意图<sup>[9]</sup>Fig. 3 Schematic diagram of tension testing perpendicular to interface<sup>[9]</sup>

垂直拉伸法测得的试样界面结合强度是通过计算平均拉伸强度得到的, 如式(3)所示<sup>[24]</sup>:

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (3)$$

式中  $\sigma$  为界面结合强度, 单位为 MPa;  $F$  为复层被拉脱时的载荷, 单位为 N;  $A$  为试样面积, 单位为  $\text{mm}^2$ 。

这种测试方法与较为简单的胶带法<sup>[3]</sup>类似, 只有粘结剂的粘结强度大于复层与基体之间的界面结合强度时才适用。目前, 最为常用的粘结剂是环氧树脂, 其最大拉伸强度为 70 MPa<sup>[24]</sup>, 因此, 垂直拉伸法只适用于结合强度较低的试样的测量。同样, 对于一些粘接性差和疏松的薄涂层也不适用, 因为粘结剂的渗入可能导致测量结果与实际不符。

## 2.4 弯曲法

弯曲法是一种定性的评价方法, 需要在试样界面相应部位形成应力集中, 从而促使试样产生裂纹, 发生断



裂。弯曲法通常具体可分为悬臂梁法、三点弯曲法和四点弯曲法。

悬臂梁法是采用悬臂梁模型结合声发射技术半定量测定材料界面结合强度的方法<sup>[25]</sup>。对于太薄太脆的复层材料,这种方法不适用,因为在固定试样时,薄、脆的复层容易发生脆断,难以进行测量。此外,该方法还容易受到声信号的影响,在试验过程中,如果施加载荷时加载压头发生滑动同样会产生强烈的声信号,导致误认为界面发生了开裂。三点弯曲法是通过向有两个对称支撑点的试样中间施加一个载荷,使得材料发生弯曲断裂,四点弯曲法则是对试样施加两个对称载荷。两者在试验过程中材料界面受到的拉伸应力均几乎为 0,因而最终测量结果主要是材料界面的剪切强度。这两种方法主要适用于结合强度较弱的材料结合强度的测量,若材料结合强度大于涂层自身结合强度,则可能出现试验时涂层本身开裂而界面未开裂的现象,导致无法测量<sup>[26]</sup>。

Pereira 等<sup>[27]</sup>通过三点弯曲法测试样品结合强度以表征样品表面之间的载荷传递程度和夹层结构提供的抗弯性好坏。Nagamani 等<sup>[28]</sup>探索了一种可以测量分级粘接层断裂韧性的弯曲试验,有效改善了三弯曲系统的不稳定性,并通过该试验方法对分级材料进行了稳定的断裂研究,探测了分级材料粘合层各个区域的裂纹轨迹。Lee<sup>[29]</sup>分别通过三点弯曲和四点弯曲试验测得了  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ni-Cr-Fe}$  合金接头试样的界面结合强度平均值,为 321 和 344 MPa,并且基于 Weibull modulus (韦布尔模数),发现相比于四点弯曲试验,三点弯曲试验显示出更小的强度散射,因此其检测结果更加精确。由于四点弯曲法是基于材料产生的裂纹、载荷均为对称分布而建立的,但在实际试验过程中这两个条件通常难以满足,Wang 等<sup>[30]</sup>通过改进的四点弯曲法量化了剩余不对称效应,提高了测试结果的准确性。

## 2.5 纳米划痕法

纳米划痕法是一种广泛应用的测量复合材料结合强度的方法之一,尤其适用于测量硬质耐磨薄膜/基体的界面结合强度<sup>[31]</sup>。纳米划痕法通常使用一个具有圆锥形端头的硬质材料(如金刚石),使其在恒定或连续增加的正压力作用下,以一定的速度刻划涂层表面,直至膜层结合处发生破坏,从而以对应的临界载荷( $L_c$ )评价界面结合力。

确定  $L_c$  的方法有很多,主要有声发射法、摩擦力法、显微观察法和微区成分分析法。华敏奇等<sup>[32]</sup>采用声发射法分别对 4 种特殊薄膜系材料的结合力进行了评价,并分析了该材料  $L_c$  测量值与实际值之间产生偏差的原因。Butler 等<sup>[33]</sup>对不同材料不同厚度的金属薄膜的界面

结合强度进行了纳米划痕测试,结果发现声发射法对于测量厚度为 2~7  $\mu\text{m}$  的硬质薄膜涂层的界面强度更准确有效。

纳米划痕法虽然简单易行,但仍存在一些问题。在实际测量中得到的  $L_c$  不仅仅为界面分离所需的法向载荷,同时受到压痕周围应力场、加载速度和涂层性能等的影响<sup>[34]</sup>。Bull 等<sup>[35]</sup>总结了材料界面主要的失效模式,并提出了可能的量化方法。

## 2.6 激光划痕法

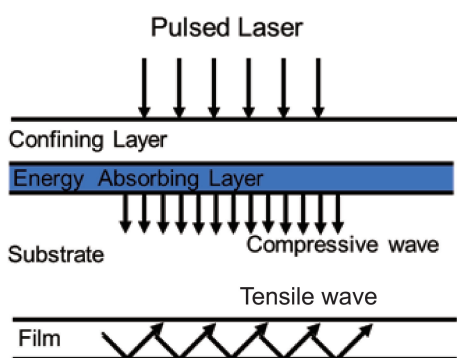
激光划痕法与纳米划痕法的测试原理基本相同,只是采用了非接触的方式,即在复层表面直接加载高功率密度的激光,使材料界面处出现裂纹,直至复层与基体分离。基于激光划痕法的具体检测方式主要有两种:①长脉冲红外激光准静态热力耦合,是对复层/基体系统进行准静态加热,由于复层与基体材料热膨胀系数及温度不同,复层受到热应力作用,从而产生界面裂纹直至材料失效。②脉冲远紫外线激光冷态刻蚀加工<sup>[36]</sup>,则是利用激光束在复层表面形成逐渐变深的划痕,之后结合应力-应变诊断技术判断界面断裂的临界点<sup>[37]</sup>,表征界面结合性能。

对于激光划痕法,判断界面失效的临界点是评价材料界面结合强度的关键。Feng 等<sup>[38]</sup>通过研究材料界面失效程序,从薄膜/基体系统不同失效步骤对应的不同应力和应变特性,来判断薄膜/基体系统的粘合状态。殷苏民等<sup>[39]</sup>通过推导热应力模型公式和试验温度参数,得出了激光划痕处涂层剥离应力的变化规律。唐翠屏<sup>[40]</sup>利用有限元分析软件,分析了红外激光准静态加载作用下薄膜/基体系统的温度场和应力场分布,并根据应力分析结果得到了界面脱粘的危险位置。

## 2.7 激光层裂法

激光层裂法是由 Vossen 等<sup>[41]</sup>在 1978 年首创,基于薄膜内部应力波的多重反射、透射,借助超声波检测以及有限元分析软件,得到界面应力和残余应力的评价方法。其基本原理如图 4 所示<sup>[42]</sup>,高能脉冲激光以高应变速率经过约束层、能量吸收层加载到基体表面,冲击波以应力波的形式在试样内传播,使薄膜受到一定程度的应力而发生界面断裂。

激光层裂法主要应用于评价强度高且具有脆性的材料的界面结合强度。Othman 等<sup>[43]</sup>使用激光层裂试验测量了氮化钛涂层的粘合强度。Ikeda 等<sup>[44]</sup>开发了一种利用激光层裂法测量薄膜残余应力的新方法,即由层裂后薄膜凸起的直径和高度来确定薄膜的残余应力,并将测得的结果与通过 X 射线衍射法测得的结果相比较,结果基本一致。

图4 激光层裂法原理示意图<sup>[42]</sup>Fig. 4 Schematic diagram of laser spallation<sup>[42]</sup>

## 2.8 无损评价法

有些复合材料要求在检验界面结合强度的同时保证材料本身不被破坏,这就需要用到无损检测评价方法。常用的无损检测方法有X射线衍射法、超声波法和应力波法等。

### 2.8.1 X射线衍射法

在材料制备过程中,往往会存在残余应力,当残余应力过大时,会导致复层开裂剥落,以致材料失效,因此,可以通过对残余应力的检测来评定材料界面结合强度。X射线衍射法可以无损快速地测定材料残余应力,因此其适用于晶体及多晶薄膜界面结合强度的测量<sup>[45, 46]</sup>。X射线衍射法测量基本原理是当材料内部存在残余应力时,其晶面间距会发生变化,对应的衍射峰也会产生位

移,因此通过测量衍射峰的位移即可得到材料残余应变,再结合胡克定律即可计算得到材料残余应力。

### 2.8.2 超声波法

由于超声波对界面结合特性非常敏感,因此,可利用超声波在试样中的反射强度或传播速度来定性评价其结合强度<sup>[47]</sup>。Lian等<sup>[48]</sup>根据超声波反射强度与结合强度的关系进行了陶瓷涂层结合强度的检测试验,结果表明,超声波检测法检测分层的精度可达到1 mm及以下,并且可对热冲击试验下陶瓷涂层的分层过程进行检测。

超声波检测法具有操作简便、无损检测的优点,但是对于不同类型的材料需要使用不同的探头,且检测较薄的板材时效率低、准确性不高。

## 2.9 本章小结

静态评价方法基本上均已发展成熟且应用广泛,表1将上述几种静态评价方法进行了归纳总结。较为传统的静态评价方法如剥离法、剪切法、拉伸法和弯曲法等,操作简单、计算方便,但是由于静态法在实验过程中易受到多种因素的影响而导致检测结果误差大、不准确;其他静态评价方法如激光划痕法和激光层裂法,虽然设备昂贵、计算复杂,但不易受到摩擦力等机械因素影响,测试结果较为准确;而无损评价方法,可实现无损在线检测,对材料本身以及测试结果的影响最小,但是其适用范围小,因而应用较少,多为辅助分析。

除了上述几种方法外,结合强度静态评价法还有压痕法<sup>[49, 50]</sup>、鼓泡法<sup>[51]</sup>和应力波法<sup>[52, 53]</sup>等,其中有的方

表1 材料界面结合强度静态评价方法

Table 1 Static evaluation methods of material interface bonding strength

Methods	Advantages	Disadvantages	Sample conditions	Ref.
Peel method	Intuitive, simple	Vulnerable to the thickness of the laminate and the area of the peel	The strength of the composite layer is higher than the interface bonding strength and the thickness of the composite layer is less than 1 mm	[10]
Shear method	Simple, accurate	Affected by friction	Rectangular specimen with a thickness of 2 mm, generally 25 mm×65 mm	[16]
Stretch method	Easy to use	Restricted by glue	The material has a low bonding strength	[22]
Bend method	Simple equipment	Limited by the nature of the material, small scope of application	The interface bonding strength is lower than the complex layer	[26]
Nano scratch method	Reliable, easy to use	Affected by the stress around the scratches, results are scattered	Hard and wear-resistant film	[31]
Laser scratch method	Accurate, not easily affected	Analysis difficulty, expensive equipment	Hard multi-layer	[37]
Laser spallation method	Not susceptible to friction	Complicated operation	High-strength and brittle thin layer	[41]
X-ray diffraction (XRD)	Non-contact	Difficulties in calculation, not very accurate	Crystal and polycrystalline film	[45]
Ultrasonic method	Easy to use	Expensive equipment, difficult to resolve	Thick layer and low-strength	[47]

法只针对于一种材料,如鼓泡法,主要是根据内涨作用下薄膜发生鼓泡变形的原理定量评价金刚石薄膜的结合强度;有的方法则只能用于测定较厚复层,如应力波法,该方法是利用入射脉冲在界面处发生反射,产生拉应力,使材料在界面处被拉开,复层越厚,材料界面越容易被拉开,测量结果越准确。

### 3 结合强度动态评价方法

实际应用中,复层并非在一次性加载条件下失效,而是在受力值低于  $L_c$  值的状态下反复受力,最终导致复材失效,因此,采用动态评价方法可以更有效地模拟复层实际工作环境,更加合理准确地评价复层的使用寿命。

#### 3.1 单摆冲击划痕法

单摆冲击划痕法是一种可以从力和能量两个方面定量评价材料界面结合强度以及疲劳性能的方法<sup>[54]</sup>。其基本原理是当摆锤以一定的速度在试片上进行摆动时,摆头首先接触试片表面,之后在充足的冲击能量下进入复层,穿过界面,最后从基体中退出,整个过程包括弹性接触、塑性变形及断裂等过程。同时,划痕受到的切向力和冲击能耗均会随着划痕的长度变化而发生变化,并在曲线上出现突变的点,这时可根据在该突变点时划痕受到的冲击力或冲击能耗来表征材料界面结合强度。其装置示意图如图 5 所示<sup>[55]</sup>。

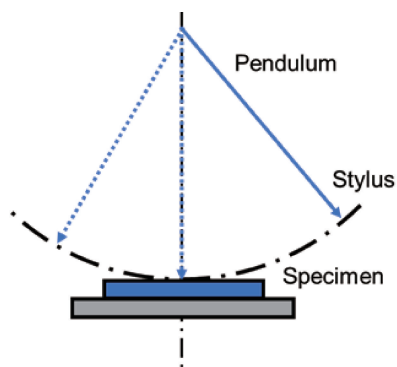


图 5 单摆冲击划痕法示意图<sup>[55]</sup>

Fig. 5 Schematic diagram of the single pendulum impact scratch method<sup>[55]</sup>

刘捍卫等<sup>[55]</sup>用单摆冲击划痕法测定了 Ni-P 化学镀层与碳钢的界面结合强度,研究表明,该方法能有效地定量评价复层与基体的界面结合强度以及冲击载荷下涂层的耐磨性能。Hu 等<sup>[56]</sup>使用单摆冲击划痕试验评估了典型金属 (Al, Cu, Ti, Ni, Co 和 Mo) 的动态力学性能,例如材料的弹性模量、剪切模量等。黄林国等<sup>[57]</sup>通过单摆划痕实验中镀层的塑脆转变划痕深度和临界切向力的关系,便可推断出镀层是否发生了塑脆转变。

#### 3.2 多冲接触疲劳法

多冲接触疲劳法是通过在多次冲击疲劳试验机上,由凸轮控制冲头上部的弹簧进行压缩与释放,从而实现对试件的反复冲击接触与脱离,示意图如图 6 所示<sup>[58]</sup>。在实验过程中,随着冲击载荷次数增加,复层和基体均产生塑性变形,开始时变形量较大,后逐渐减小至稳定,之后界面处开始产生裂纹,裂纹逐渐扩展,最终导致复层失效。确定材料失效的判据为:① 冲击面上出现的宏观裂纹长度达到 1 mm;② 复层-基体系统总累积相对塑性变形率( $\delta$ )达到 10%<sup>[59]</sup>。以上两点符合其一即可判定为材料失效。

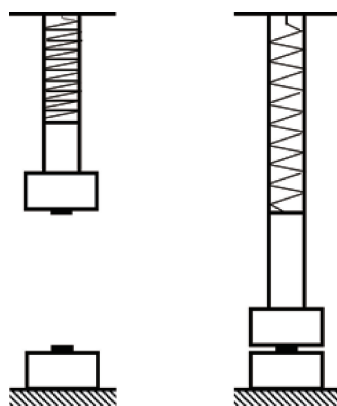


图 6 多冲接触疲劳法示意图<sup>[58]</sup>

Fig. 6 Schematic diagram of the repeated impact contact test<sup>[58]</sup>

多冲接触载荷下,材料的失效方式有很多种,傅戈雁等<sup>[58]</sup>从机理上将其归为两种:一种是强度、硬度相对较高的涂层,表现为累积裂纹扩展失效,如开裂、剥层或蚀坑等;另一种是塑性相对较高的涂层,表现为累积塑性变形失效,如翘曲或凹陷等。钟鸣等<sup>[60]</sup>借助 MATLAB 对多冲试样进行了数据分析,建立了激光涂层零件的多冲可靠性模型,分析得出了激光涂层零件在多冲载荷下疲劳寿命服从对数正态分布的结论,构建了多冲应力与疲劳寿命以及可靠度之间的关系。

#### 3.3 滚动接触疲劳法

在实际工况下,材料薄膜的剥落是一个长时间的过程,属于疲劳失效,因而有学者模拟类似的受力情况,以滚动接触疲劳试验来定性模拟材料的失效情况。Cheng 等<sup>[61]</sup>通过评估涂层剥落的数量和大小来确定材料表面的损伤程度,并以此来评价材料的界面结合强度。一般采用两种指标评价:① 在特定载荷下复层疲劳剥落时的循环周次;② 在同样载荷和循环次数下复层剥落面积占复材总面积的百分数。由于应力计算的模型均采用弹性力学方法,所以该方法只适于测定硬质薄膜和硬基体之间的结合强度。



### 3.3.1 对滚接触疲劳法

对滚接触疲劳法是利用圆柱试样进行滚动接触来考察材料界面的疲劳过程,以界面剪应力幅( $\Delta\tau$ )作为材料剥离应力,如图7所示<sup>[62]</sup>。

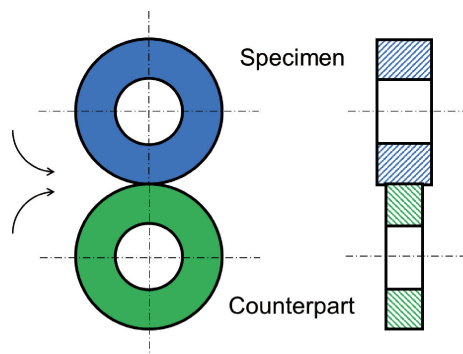


图7 对滚接触疲劳法示意图<sup>[62]</sup>

Fig. 7 Schematic diagram of contact rolling test<sup>[62]</sup>

朱晓东等<sup>[62]</sup>最早提出了在弹性外载条件下,用对滚接触疲劳试验来测定膜基的结合强度,即用膜基界面处的接触疲劳强度作为薄膜的结合强度。他们还将该方法与传统方法相比较,通过改变非界面因素(基体硬度和膜层厚度)以及界面因素(膜层种类和表面状态),测量了TiN薄膜的界面结合强度,结果表明<sup>[63]</sup>, $\Delta\tau$ 对基体及薄膜的物理化学性质等非界面因素不敏感,而对其界面因素十分敏感;相反,划痕法的 $L_c$ 与涂层系统的承载能力相关,并且对界面结合不敏感。Stewart等<sup>[64]</sup>针对喷涂方式、涂层材料等因素对对滚接触疲劳法的影响进行了总结。该方法也存在一些不足,如为了减少检测过程中的热效应,需要限制试验时对滚的转速;为了达到预定的疲劳极限 $5 \times 10^6$ 周次,需耗时200 h以上;由于试样接触区边缘存在应力集中,使得力学计算变得复杂;对一些只能镀制平面膜的试样无法进行评定。

### 3.3.2 球滚接触疲劳法

为解决对滚接触疲劳法的不足,胡奈赛等<sup>[65]</sup>在此基

础上提出了球滚接触疲劳法,即试样在旋转过程中与多个钢球接触,可使试验时间大大缩短,且钢球与试样接触没有产生应力集中,以便更准确地计算界面上的 $\Delta\tau$ ,如图8所示<sup>[62]</sup>。

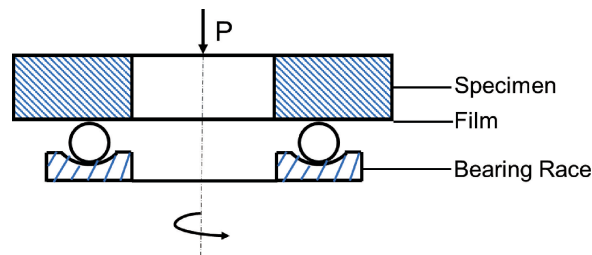


图8 球滚接触疲劳法示意图<sup>[62]</sup>

Fig. 8 Schematic diagram of spherical rolling contact fatigue test<sup>[62]</sup>

由于滚动接触疲劳法是基于弹性力学进行应力分析,因此对于结合强度较高且厚度较小的薄膜,通过该方法往往难以准确测量其结合强度。为此,邱龙时等<sup>[66]</sup>采用小直径、高弹性模量 $Al_2O_3$ 球,通过球滚接触疲劳法对材料界面结合强度进行评价,结果发现,即使施加较小的载荷也会在膜基体系中产生较大的应力,导致基体发生塑性变形,而弹性模量较高的薄膜则只发生弹性变形,这大幅度提高了界面剪切应力,有利于薄膜剥落,减少了薄膜剥落周次,可应用于检测界面结合强度更高的硬质薄膜。Zhang等<sup>[67]</sup>分别在两种不同摩擦条件下研究了在商用中碳钢上等离子喷涂CrC-NiCr金属陶瓷涂层的RCF(滚动接触疲劳)行为和失效模式,实验发现,当接触应力低时,涂层内的分层是涂层的主要失效模式,并且磨损和剥落型失效的概率相对较高;当接触应力高时,涂层表现界面分层是涂层的主要失效模式。

### 3.4 本章小结

动态评价方法由于其加载方式的特殊性,使得测试结果更接近实际使用结果,更具有实际指导意义,但是每种动态评价方法仍有其局限性。表2对上述3种动态评价方法进行了比较总结:单摆冲击划痕法易受到摩擦

表2 材料界面结合强度动态评价方法

Table 2 Dynamic evaluation methods of material interface bonding strength

Methods	Advantages	Disadvantages	Sample conditions	Ref.
Single pendulum impact test	Measure the dynamic mechanical properties	Affected by friction, etc	Rectangular specimen, the thickness of the substrate is generally 3 mm	[54]
Repeated impact test	Close to reality	Rolling contact fatigue method	The hardness of the material is less than HRC 50, the sample is a stepped cylinder, which is basically the same as the shape of the punch	[58]
Contact fatigue test	Accurate	Complicated calculation, time consuming	Applicable to hard film/substrate with low bonding strength, the sample is in the shape of a disk with inner hole ( $\phi 31$ mm), inner hole ( $\phi 18$ mm)	[61, 62]

力的影响,且结果仅为划痕测试局部区域的,因而存在误差;多冲接触疲劳法对材料的硬度有要求,硬度较高的材料在冲击载荷下容易发生脆断而难以测量;与前两种方法相比,滚动接触疲劳法的测试结果更为准确,因为这种测试方法得到的结果不受非界面因素影响,但是其试验时间长,且对于结合强度较好的材料难以评价。

#### 4 结合强度有限元辅助分析评价方法

除了上述几种试验方法,还有一种方法既可以计算材料界面静态结合强度,也可以得到材料界面动态结合强度,即有限元辅助分析法。由于该方法分析所需数据来自于具体实验,因而常作为辅助分析。

Huang 等<sup>[68]</sup>采用理论计算与具体实验结合的方式研究了铜/铝双金属板的冷轧工艺。Sapanathan 等<sup>[69]</sup>为保证金属复合材料试样沿界面产生大且均匀的应变,通过有限元模拟确定了试样的设计参数。除此之外,还有学者采用有限元辅助分析法对涂层界面进行了应力分析,比较了不同涂层材料对材料剪切结合强度的影响<sup>[70, 71]</sup>。

虽然有限元辅助分析法具有计算精度高、可适用于任何形状材料的优点,但是在分析过程中,模型的建立以及解析过程难度较大,尤其是是否可以建立合理的实验模型对最终结果的准确性有很大影响,为此,专家学者对结合强度评价方法的模拟模型进行了比较评估。Turunen 等<sup>[72]</sup>采用 ABAQUS 有限元软件模拟了垂直拉伸试验,分别探讨了弹性基体与刚性基体两种模型对测量结果的影响。通过计算柔性基体和刚性基体的拉伸应力分布,比较发现,与刚性基体相比,柔性基体易由于基板弯曲而应力分布不均匀,在螺柱边缘处应力高度集中,从而导致其界面结合强度低于刚性基体界面结合强度,并进一步通过 4 组对比试验证实了这一计算结果。Wei<sup>[73]</sup>利用弹塑性有限元分析模型模拟了剥离试验,提出了 3 种基于弯曲模型和二维有限元分析模型的分析双参数准则。通过比较弯曲模型解与有限元分析模型解,对 3 种弯曲模型进行了评估,计算发现,基于弯曲模型的剥离试验对试验参数的选择非常敏感,并且发现当  $t/R_0$  小于 5 ( $t$  为薄膜厚度,  $R_0$  为小规模屈服状态下裂纹尖端塑性区的长度大小) 时检测结果最准确。

#### 5 结 语

本文介绍了两类材料界面结合强度的评价方法:静态评价方法以及动态评价方法。不同的方法有着各自的优缺点。静态评价方法发展成熟,其中有些方法检测所需设备简单、操作易行,目前仍在广泛使用,如剪切法、拉伸法等,但是存在测量精度低、对材料有所损伤和解

析困难等缺点;有些方法测量精度高、受影响小,可实现无损在线检测,但是检测所需设备昂贵、操作复杂、分析计算过程较为复杂,如激光层裂法。而相较于静态评价方法,动态评价方法更接近材料实际使用中的界面失效过程,因而通过该方法可以更准确地估算材料的使用寿命,且测量结果仅受到界面因素影响,测量结果更为准确。

不同的方法适用的材料也有所不同,如复层较厚的材料通常采用剪切法,较薄的如薄膜或涂层则一般采用划痕法,脆性和韧性材料采用的方法也不同。因此在选择评价方法时,应综合考虑材料力学、热学特性,制造工艺和结合方式等方面。

此外,随着新材料的不断开发,对材料结合界面强度的表征将会提出更高的要求。建立不同结合强度评价方法之间的联系,探索适用范围广的结合强度评价方法,结合辅助分析手段如有限元模拟分析等,开发设备简单、解析容易、无损在线和定量准确的评价方法将会是未来材料界面结合强度评价方法研究的趋势。

#### 参考文献 References

- [1] PALDEY S, DEEVI S C. *Materials Science & Engineering: A*[J], 2003, 342(1/2): 58-79.
- [2] 杨班权, 陈光南, 张坤, 等. *力学进展*[J], 2007, 37(01): 67-79.  
YANG B Q, CHEN G N, ZHANG K, *et al.* *Advances in Mechanics* [J], 2007, 37(01): 67-79.
- [3] CHALKER P R, BULL S J, RICKERBY D S. *Materials Science & Engineering: A*[J], 1991, 140: 583-592.
- [4] MEHROTRA P K, QUINTO D T. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum Surfaces and Films*[J], 1985, 3(6): 2401-2405.
- [5] RAFIEERAD A R, BUSHROA A R, NASIRI-TABRIZI B, *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 721: 456-475.
- [6] ZHANG X, WANG J. *Chemical Physics Letters* [J], 2019, 739: 136959.
- [7] 龚小玲, 聂朝胤, 金秋, 等. *中国表面工程*[J], 2017, 30(05): 10-16.  
GONG X L, NIE C Y, JIN Q, *et al.* *China Surface Engineering*[J], 2017, 30(05): 10-16.
- [8] 孙畅, 李龙, 周德敬. *材料导报*[J], 2017, 31(11): 59-67.  
SUN C, LI L, ZHOU D J. *Materials Reports*[J], 2017, 31(11): 59-67.
- [9] 李龙, 周德敬. *中国材料进展*[J], 2016, 35(11): 863-871.  
LI L, ZHOU D J. *Materials China*[J], 2016, 35(11): 863-871.
- [10] MADAAH-HOSSEINI H R, KOKABI A H. *Materials Science & Engineering: A*[J], 2002, 335(1): 186-190.
- [11] FREITAS S T D, SINKE J. *Applied Adhesion Science*[J], 2015, 3



- (1): 9.
- [12] CHEN G, LI J T, YU H L, *et al.* Materials & Design[J], 2016, 112: 263–274.
- [13] KOYAMA S, TSUNETO T. Procedia Materials Science[J], 2016, 12: 95–99.
- [14] 王敏. 铜/铝锌合金复合带轧制工艺及组织性能的研究[D]. 沈阳: 东北大学, 2014.
- WANG M. Study on Rolling Process and Microstructure and Properties of Cu/Al-Zn Clad Strip [D]. Shenyang: Northeastern University, 2014.
- [15] CHEVELA O B, ORLOVA L M, MOROZOV I A. Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics[J], 1970, 9(8): 680–682.
- [16] 全国钢标准化技术委员会. 复合钢板力学及工艺性能试验方法: GB/T6396–2008[S]. 北京: 国家技术监督局, 2008.
- Technical Committee on Steel of Standardization Committee. Clad Steel Plates-Mechanical and Technological Test: GB/T6396–2008[S]. Beijing: State Bureau of Technical Supervision, 2008.
- [17] LI J, JOHNSON C M, BUTTAY C, *et al.* Journal of Materials Processing Technology[J], 2015, 215(1): 299–308.
- [18] ERA H, OTSUBO F, UCHIDA T, *et al.* Materials Science & Engineering: A[J], 1998, 251(1/2): 166–172.
- [19] 井玉安, 董海雪, 孙本良, 等. 热加工工艺[J], 2011, 40(12): 103–106.
- JING Y A, DONG H X, SUN B L, *et al.* Hot Working Technology [J], 2011, 40(12): 103–106.
- [20] 陈天赐. 固液轧制 A356/2024 层状复合材料组织及性能研究[D]. 兰州: 兰州理工大学, 2018.
- CHEN T C. Microstructures and Mechanical Properties of A356/2024 Bimetal Fabricated by Solid-liquid Roll Bonding[D]. Lanzhou: Lanzhou University of Technology, 2018.
- [21] 姜国圣, 王志法, 何平, 等. 稀有金属[J], 2005, 29(01): 6–10.
- JIANG G S, WANG Z F, HE P, *et al.* Chinese Journal of Rare Metals[J], 2005, 29(01): 6–10.
- [22] AGRAWAL D C, RAJ R. Acta Metallurgica[J], 1989, 37(4): 1265–1270.
- [23] 郑小玲, 游敏. 粘接[J], 2003, 24(02): 7–9.
- ZHENG X L, YOU M. Adhesion[J], 2003, 24(02): 7–9.
- [24] 杨金霞. 基体拉伸法测试膜基界面结合力的研究[D]. 天津: 天津大学, 2007.
- YANG J X. Study on Bonding Strength Between Film and Substrate Using Substrate Stretching Test[D]. Tianjin: Tianjin University, 2007.
- [25] ZHANG H, LI D Y. Surface & Coatings Technology[J], 2002, 155(2): 190–194.
- [26] 宋亚南, 徐滨士, 王海斗, 等. 工程与试验[J], 2011, 51(4): 1–8.
- SONG Y N, XU B S, WANG H D, *et al.* Engineering & Test[J], 2011, 51(4): 1–8.
- [27] PEREIRA M, RAMEZANI M, PASANG T, *et al.* Materials Science Forum[J], 2017, 890: 401–405.
- [28] NAGAMANI J B, VIKRAM J, SANJAY K B. Philosophical Magazine [J], 2012, 92(25–27): 1–21.
- [29] LEE W C. Journal of Materials Science[J], 1997, 32(24): 6657–6660.
- [30] WANG B, SIEGMUND T. Microelectronic Engineering[J], 2008, 85(2): 477–485.
- [31] BENJAMIN P, WEAVER C. Proceedings of the Royal Society of London[J], 1960, 254(1277): 163–176.
- [32] 华敏奇, 袁振海. 分析测试技术与仪器[J], 2002, 8(4): 218–225.
- HUA M Q, YUAN Z H. Analysis and Testing Technology and Instruments[J], 2002, 8(4): 218–225.
- [33] BUTLER D W, STODDART C T H, STUART P R. Journal of Physics D: Applied Physics[J], 2002, 3(6): 877–883.
- [34] KILPI L, YLIVAARA O M E, VAAJOKI A, *et al.* Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum Surfaces and Films[J], 2016, 34(1): 01A124.
- [35] BULL S J, BERASETEGUI E G. Tribology & Interface Engineering [J], 2006, 39(2): 99–114.
- [36] FENG A X, ZHANG Y K, XIE H K, *et al.* Key Engineering Materials[J], 2004, 259/260: 615–619.
- [37] 冯爱新, 谢华锟, 张永康, 等. 工具技术[J], 2003, 37(9): 10–13.
- FENG A X, XIE H K, ZHANG Y K, *et al.* Tool Engineering[J], 2003, 37(9): 10–13.
- [38] FENG A X, ZHANG Y K, XIE H K, *et al.* Materials Science Forum [J], 2004, 471/472: 746–749.
- [39] 殷苏民, 叶勇, 冯爱新, 等. 中国激光[J], 2008, 35(9): 1423–1428.
- YIN S M, YE Y, FENG A X, *et al.* Chinese Journal of Lasers[J], 2008, 35(9): 1423–1428.
- [40] 唐翠屏. 基于激光划痕法测量膜基结合强度的模拟分析[D]. 江苏: 江苏大学, 2007.
- TANG C P. Simulated Analysis of Film Substratum Bonding Strength on Laser Scatching Test[D]. Jiangsu: Jiangsu University, 2007.
- [41] VOSSEN J L, MITTAL K L. Adhesion Measurements of Thin Films, Thick Films, and Bulk Coatings [M]. Philadelphia: American Society for Testing and Materials, 1978: 122.
- [42] 周明, 张永康, 蔡兰. 中国科学: 技术科学[J], 2002, 32(01): 28–36.
- ZHOU M, ZHANG Y K, CAI L. Scientia Sinica Technologica[J], 2002, 32(01): 28–36.
- [43] OTHMAN M F, BUSHROA A R, ABDULLAH W N R. Journal of Adhesion Science and Technology[J], 2015, 29(7): 569–591.
- [44] IKEDA R, UCHIYAMA T, CHO H, *et al.* Science and Technology of Advanced Materials[J], 2006, 7(1): 90–96.
- [45] CHO H, OGAWA S, YAMANAKA K, *et al.* JSME International Journal Series A[J], 1998, 41(3): 439–445.
- [46] KONG D J, ZHANG Y K, FENG A X, *et al.* Materials Science Fo-

- rum[J], 2006, 532/533: 9-12.
- [47] LI G Y, WANG M Q, JIANG N. Journal of North University of China [J], 2016, 37(03): 234-237.
- [48] LIAN D, SUGA Y, SHOU G, *et al.* Journal of Thermal Spray Technology[J], 1996, 5(2): 128-133.
- [49] KIM Y C, GWAK E J, AHN S M, *et al.* Scripta Materialia[J], 2018, 143: 10-14.
- [50] ZHU Y J, WANG H Y, ZHU J H, *et al.* Applied Surface Science [J], 2015, 349: 27-34.
- [51] GROTHE R, WIESING M, GINER I, *et al.* Materials and Corrosion [J], 2017, 68(12): 1314-1320.
- [52] DORDUNCU M, APALAK M K, REDDY J. Journal of Adhesion Science and Technology[J], 2019, 33(2): 156-186.
- [53] DORDUNCU M, APALAK M K. Journal of Adhesion Science and Technology[J], 2016, 30(12): 1281-1309.
- [54] GAO S, LIU S, LI S, *et al.* Tribology[J], 2010, 30(04): 385-391.
- [55] 刘捍卫, 陈元儒, 李曙. 西南交通大学学报[J], 1997, 32(03): 109-114.
- LIU H W, CHEN Y R, LI S. Journal of Southwest Jiaotong University [J], 1997, 32(03): 109-114.
- [56] HU W Y, LI S, LI S Z, *et al.* Tribology International[J], 1999, 32(3): 153-160.
- [57] 黄林国, 杜好阳. 吉林电力[J], 2001(06): 1-4.
- HUANG L G, DU H Y. Jilin Electric Power[J], 2001(06): 1-4.
- [58] 傅戈雁, 石世宏, 欧阳八生, 等. 材料科学与工程学报[J], 2004 (02): 216-219.
- FU G Y, SHI S H, OU YANG B S, *et al.* Journal of Materials Science and Engineering[J], 2004(02): 216-219.
- [59] 石世宏, 傅戈雁. 激光杂志[J], 2004, 25(05): 76-78.
- SHI S H, FU G Y. Laser Journal[J], 2004, 25(05): 76-78.
- [60] 钟鸣, 傅戈雁. 表面技术[J], 2010, 39(02): 90-92.
- ZHONG M, FU G Y. Surface Technology[J], 2010, 39(02): 90-92.
- [61] CHENG H S, CHANG T P, SPROUL W D. Tribology [J], 1990 (17): 81-88.
- [62] 朱晓东, 黄鹤, 胡奈赛, 等. 中国表面工程[J], 1999(03): 15-18.
- ZHU X D, HUANG H, HU N S, *et al.* China Surface Engineering [J], 1999(03): 15-18.
- [63] 朱晓东, 米彦郁, 胡奈赛, 等. 中国表面工程[J], 2002, 15(4): 28-31.
- ZHU X D, MI Y Y, HU N S, *et al.* China Surface Engineering[J], 2002, 15(4): 28-31.
- [64] STEWART S, AHMED R. Wear [J], 2002, 53 (11/12): 1132-1144.
- [65] 胡奈赛, 徐可为, 何家文. 中国表面工程[J], 1998(01): 31-35.
- HU N S, XU K W, HE J W. China Surface Engineering[J], 1998 (01): 31-35.
- [66] 邱龙时, 朱晓东, 鲁莎, 等. 真空科学与技术学报[J], 2015, 35 (11): 1380-1384.
- QIU L S, ZHU X D, LU S, *et al.* Chinese Journal of Vacuum Science and Technology[J], 2015, 35(11): 1380-1384.
- [67] ZHANG X C, XU B S, XUAN F Z, *et al.* Wear [J], 2008, 265 (11): 1875-1883.
- [68] HUANG Q, ZHANG J, ZHU L, *et al.* Rare Metal Materials & Engineering[J], 2017, 46(7): 1749-1755.
- [69] SAPANATHAN T, IBRAHIM R, KHODDAM S, *et al.* Materials Science & Engineering: A[J], 2015, 623: 153-164.
- [70] 张显程, 巩建鸣, 涂善东, 等. 南京工业大学学报(自然科学版) [J], 2002, 24(04): 22-25.
- ZHANG X C, GONG J M, TU S D, *et al.* Journal of Nanjing Tech University(Natural Science Edition)[J], 2002, 24(04): 22-25.
- [71] 鄢建辉, 汪久根, 蔡振慧. 机械设计[J], 2004, 21(01): 7-10.
- YAN J H, WANG J G, QI Z H. Journal of Machine Design [J], 2004, 21(01): 7-10.
- [72] TURUNEN M P K, MARJAMÄKI P, PAAJANEN M, *et al.* Microelectronics Reliability[J], 2004, 44(6): 993-1007.
- [73] WEI Y. International Journal of Solids and Structures [J], 2004, 41 (18/19): 5087-5104.

(编辑 费蒙飞)